

PCT/PTO 21 JUL 2005

10/543039

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP2004/000491

21.01.04

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

2003年 1月23日

出願番号  
Application Number:

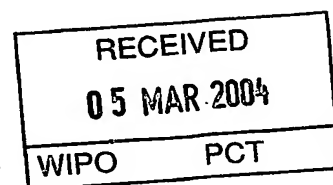
特願2003-014640

[ST. 10/C]:

[JP2003-014640]

出願人  
Applicant(s):

大日本インキ化学工業株式会社

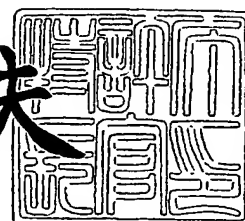


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3011545

【書類名】 特許願

【整理番号】 PX020513

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A01N 25/14

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県佐倉市鍋山町 1 0 1 - 3 0 - 1 0 2

    【氏名】 廣川 隆志

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県佐倉市西志津 4 - 2 0 - 1 4 - 3 0 4

    【氏名】 後藤 孝史

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県千葉市若葉区西都賀 4 - 1 1 - 1 6 - 3 0 8

    【氏名】 瓜原 一郎

【特許出願人】

    【識別番号】 000002886

    【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100088764

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 高橋 勝利

    【電話番号】 03-5203-7758

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 008257

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 0214178

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 農園芸用顆粒水和剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体、N-アシルアミノ酸塩及び吸着担体を含有することを特徴とする農園芸用顆粒水和剤。

【請求項 2】 前記N-アシルアミノ酸塩が炭素原子数8～24のアシル基を有する請求項1に記載の農園芸用顆粒水和剤。

【請求項 3】 前記N-アシルアミノ酸塩が、グリシン、サルコシン、アラニン、バリン、ロイシン、リジン、アルギニン、グルタミン酸、アスパラギン酸、メチオニン、シスチン、システイン及びフェニルアラニンから成る群から選ばれる少なくとも一種のアミノ酸の塩である請求項1に記載の農園芸用顆粒水和剤。

【請求項 4】 芳香族ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸塩の少なくとも1種を更に含有する請求項1に記載の農園芸用顆粒水和剤。

【請求項 5】 前記農薬原体がイミノクタジンアルベシル酸塩である請求項1に記載の農園芸用顆粒水和剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は水に投入後、速やかに崩壊、分散する農園芸用顆粒水和剤に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来の水和剤は、農薬原体、湿潤剤、分散剤および増量剤を混合粉碎して製造される。しかし、これらの水和剤は、農薬原体が無機鉱物質などと共に微細に粉碎された微粉末であるために見掛け比重が小さく嵩張ること、水に懸濁させて散布液を調製する際に該微粉末が舞い上がり、作業者の健康上好ましくないこと、微粉末であるため計量に手間がかかることなどの問題点があり、近年、水和剤を顆粒化した顆粒水和剤を開発する試みがなされている。

【0003】

顆粒水和剤は、農薬原体、湿潤剤、分散剤、結合剤および必要に応じて、その

他の補助剤を混合・粉碎して顆粒状に造粒したものである。顆粒水和剤は水に投入後、速やかに崩壊、分散する必要性があり、崩壊、分散させるための種々の工夫がなされ、例えば、分散剤としてアルキルナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物、リグニンスルホン酸塩、ポリアクリル酸塩、アルキルアリールスルホン酸塩、ポリカルボン酸塩、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー、ポリスチレンポリオキシエチレンブロックポリマー等を用い、また、湿潤剤として、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、アルキル硫酸ナトリウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アルキルスルホコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル等を用いる農園芸用顆粒水和剤の製造方法が報告されている（例えば、非特許文献1）。

#### 【0004】

また、製造が難しい常温で液体の農薬原体や低融点の農薬原体を用いる農園芸用顆粒水和剤の製造方法に関しては、常温で液体の農薬原体や低融点の農薬原体を多量の不活性物質と混合して製剤化する方法や該農薬原体を溶剤に溶解させたものを吸着担体に吸着させて製剤化する方法が提案されている（例えば、非特許文献1）。

#### 【0005】

しかし、それらの方法を用いて、70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体を顆粒水和剤として製剤化しようとしても、その原因は不明であるが、良好な水中での崩壊性と分散性を有する顆粒水和剤を製造することは困難であった。そのため、更に改良を加えた顆粒水和剤の製造方法として、例えば、融点70℃以下の農薬原体に湿式法シリカの焼成品と分散剤を加えることにより顆粒水和剤を製造する方法が提案されている（例えば、特許文献1参照）。

#### 【0006】

しかし、この方法では、70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体を用いる場合には、十分な崩壊性と分散性を有する顆粒水和剤を得ることはできなかった。

#### 【0007】

【非特許文献1】

日本農薬学会農薬製剤・施用法研究会編集、農薬製剤ガイド、社団法人 日本植物防疫協会発行、1997年10月30日、p. 22-24

【0008】

【特許文献1】

特開平3-163006号公報

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体を用いて水中での崩壊性と分散性に優れ、かつ薬害がない農園芸用顆粒水和剤を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、分散剤の構造が顆粒水和剤の水中での崩壊性と分散性に与える影響につき種々検討した結果、70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体と分散剤としてのN-アシルアミノ酸塩と吸着担体との混合物を造粒することにより、優れた水中での崩壊性と分散性を有する顆粒水和剤が得られることを見出した。N-アシルアミノ酸塩は低刺激性で安全性が高い界面活性剤として洗剤クリーム等に従来から用いられてきたが、顆粒水和剤に用いた例はない。N-アシルアミノ酸塩という特定の分散剤と70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体との組合せが本発明の目的を達成する上で顕著な効果を奏したものである。

本発明はこれらの知見に基づいて完成されたものである。

【0011】

すなわち、本発明は70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体、N-アシルアミノ酸塩、及び吸着担体を含有することを特徴とする農園芸用顆粒水和剤を提供する。

【0012】

【発明の実施の形態】

[農薬原体]

本発明の農園芸用顆粒水和剤に用いる農薬原体としては、70℃以下の融点又

は軟化点を有するものであれば、殺菌剤、除草剤または植物成長調整剤などの一般に農薬として使用される化合物を使用でき、これらの化合物は単独又は2種以上混合して使用できる。

#### 【0013】

70℃以下の融点を有する農薬原体としては、例えば、2-(1,2-ジメチルプロピルアミノ)-4-エチルアミノ-6-メチルチオ-1,3,5-トリアジン(一般名、ジメタメトリン、融点65℃)、S,S-ジメチル-2-(ジフルオロメチル)-4-イソブチル-6-(トリフルオロメチル)-3,5-ピリジンジカルボチオナート(一般名、ジチオピル、融点65℃)、2,3-ジヒドロ-3,3-ジメチルベンゾフラン-5-イルエタンスルホナート(一般名、ベンフレセート、融点32~35℃)、ブチル(R)-2-[4-(4-シアノ-2-フルオロフェノキシ)フェノキシ]プロピオナート(一般名、シハロホップブチル、融点50℃)、S-1-メチル-1-フェニルエチルピペリジン-1-カルボチオアート(一般名、ジメピペレート、融点38.8~39.3℃)等が挙げられる。また、常温で液体である農薬原体としては、例えば、2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(2-プロポキシエチル)-アセトアニリド(一般名、プレチラクロール)、S-ベンジル-N-(1,2-ジメチルプロピル)-N-エチルチオカルバマート(一般名、エスプロカルブ)等が挙げられる。

#### 【0014】

70℃以下の軟化点を有する農薬原体としては、例えば、1,1'-イミノジ(オクタメチレン)ジグアニジニウム=トリス(アルキルベンゼンスルホナート)(一般名、イミノクタジンアルベシル酸塩、軟化点55~60℃)が挙げられる。

#### 【0015】

本発明の農園芸用顆粒水和剤は70℃を超える融点又は軟化点を有する農薬原体を含有しても構わない。かかる農薬原体としては、例えば、2-イソプロピルフェニル-N-メチルカルバマート(一般名、MIPC、融点88~93℃)、3,5-キシリル-N-メチルカルバマート(一般名、XMC、融点99~100℃)、3-(4-tert-ブチル-2-エトキシフェニル)-2-(2,6

ージフルオロフェニル) - 4, 5-ジヒドロオキサゾール (一般名、エトキサゾール、融点 101~102℃) O-3-tert-ブチルフェニル-6-メトキシ-2-ピリジル (メチル) チオカルバマート (一般名、ピリブチカルブ、融点 85.7~86.2℃)、5-(2, 4-ジクロロフェノキシ) - 2-ニトロメチルベンゾアート (一般名、ビフェノックス、融点 84~86℃)、1-( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル) - 3-(パラトリル) 尿素 (一般名、ダイムロン、融点 203℃)、N, N-ジエチル-3-メシチルスルホニル-1H-1, 2, 4-トリアゾール-1-カルボキサミド (一般名、カフェンストロール融点 114~116℃)、メチル- $\alpha$ -(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イル) カルバモイルスルファモイル] - o-トリアート (一般名、ベンスルフロニメチル、融点 185~188℃)、2-ブロモ-N-( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル) - 3, 3-ジメチルブタナミド (一般名、プロモブチド、融点 180.1℃)、1-(2-クロロイミダゾ [1, 2-a] ピリジン-3-イルスルホニル) - 3-(4, 6-ジメトキシピリジン-2-イル) 尿素 (一般名、イマゾスルフロニ、融点 183~184℃)、1-{[O-(シクロプロピルカルボニル) フェニル] スルファモイル} - 3-(4, 6-ジメトキシ-2-ピリミジニル) - 尿素 (一般名、シクロスルファムロン、融点 149.6~153.2℃)、メチル (E) - 2-メトキシイミノ [ $\alpha$ -(o-トリルオキシ) o-トリル] アセタート (一般名、クレソキシムメチル、融点 101.6~102.5℃)、メチル (E) - 2-[2-{6-(2-シアノフェノキシ) ピリミジン-4-イルオキシ} フェニル] - 3-メトキシアクリラート (一般名、アゾキシストロビン、融点 116℃)、5-[[2-アミノ-5-O-(アミノカルボニル) - 2-デオキシ-L-キシロニル] アミノ] - 1, 5-ジデオキシ-1-{3, 4-ジヒドロ-5-(ヒドロキシメチル) - 2, 4-ジオキソ-1(2H)-ピリミジル] -  $\beta$ -D-アロフラヌロニック酸 (一般名、ポリオキシシン、融点 160℃以上)、ビス(ジメチルチオカルバモイル) ジスルフィド (一般名、チウラム、融点 155~156℃)、N-(2, 3-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) - 1-メチルシクロヘキサンカルボキサミド (一般名、フェンヘキサミド、融点 153℃)、亜鉛イオン配位マンガンニズエチレンビスジチオカルバマート (一般名、マンコゼブ、

融点 192℃以上)、3-(3,5-ジクロロフェニル)-N-イソプロピル-2,4-ジオキソイミダゾリジン-1-カルボキサミド(一般名、イプロジオン、融点 134℃)、3'-イソプロポキシ-2-メチルベンズアニリド(一般名、メプロニル、融点 92~93℃)(1RS, 2SR, 5SR; 1RS, 2SR, 5SR)-2-(4-クロロベンジル)-5-イソプロピル-1-(1H-1,2,4-トリアゾール-1-イルメチル)シクロペンタノール(一般名、イプコナゾール、融点 91~119℃)等が挙げられる。

#### 【0016】

##### [N-アシルアミノ酸塩]

本発明の農園芸用顆粒水和剤に用いるN-アシルアミノ酸塩は、アミノ酸を主原料として合成されるアニオン界面活性剤であり、顆粒水和剤の分散剤として用いられる。N-アシルアミノ酸塩のアシル基としては、炭素数8~24のものが好ましく、例えばラウロイル基、ミリストイル基、ステアロイル基等が挙げられる。

#### 【0017】

N-アシルアミノ酸塩のアミノ酸としては、グリシン、サルコシン、アラニン、バリン、ロイシン、リジン、アルギニン、グルタミン酸、アスパラギン酸、メチオニン、シスチン、システイン、フェニルアラニンなどが挙げられ、それらの塩としては生理学的に許容される塩、具体的には、ナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属塩、マグネシウム、カルシウム等のアルカリ土類金属塩、塩酸、硫酸等の酸塩、アンモニア、トリエタノールアミン、トリエチルアミン等のアミン塩類が挙げられる。

#### 【0018】

より具体的には、味の素株式会社製の商品名「アミソフトHS-11」(N-ステアロイル-L-グルタミン酸ナトリウム)、「アミソフトHS-21」(N-ステアロイル-L-グルタミン酸二ナトリウム)、「アミソフトCS-11」(N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム)、「アミソフトLS-11」(N-ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウム)、「アミソフトMS-11」(N-ミリストイル-L-グルタミン酸ナトリウム)、川研ファインケ



ミカル株式会社製の商品名「ソイボン SLP」(ラウロイルサルコシナトリウム) 及び「アラノン AMP」(N-ミリストイル-N-メチル- $\beta$ -アラニンナトリウム) 等が挙げられ、これらを1種又は複数種組み合わせて用いてよい。

#### 【0019】

この中では、良好な崩壊性と分散性を付与できることから、味の素株式会社製の商品名「アミソフト HS-11」(N-ステアロイル-L-グルタミン酸ナトリウム)、「アミソフト HS-21」(N-ステアロイル-L-グルタミン酸二ナトリウム)、「アミソフト CS-11」(N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム) 及び川研ファインケミカル株式会社製の商品名「ソイボン SLP」(ラウロイルサルコシナトリウム) が特に好ましい。

#### 【0020】

##### [吸着担体]

また、本発明の農園芸用顆粒水和剤に用いる吸着担体は、吸収油量が多い鉱物質微粉が好ましく、例えば、合成非晶質シリカ、珪藻土、ゼオライト、アタパルジャイト、酸性白土等が挙げられるが、特にこれらに限定されない。農薬原体をこれら吸着担体に吸収または吸着させるか、吸着担体と混合して使用する。また、農薬原体を有機溶剤に溶かして吸着担体に吸着させても良い。

#### 【0021】

ここで言う合成非晶質シリカとは、含水珪酸、湿式シリカまたは合成珪酸などと呼ばれ、Si-Oの網目構造から成り一定の結晶構造を持たないものである。合成非晶質シリカとしては、より具体的には、例えば、塩野義製薬株式会社製の商品名「カープレックス#80」、「カープレックスXR」、「カープレックスFPS-3」、「カープレックスCS-8」(合成非晶質シリカ焼成品) 及び「カープレックスBS-304」(合成非晶質シリカ、ゲルタイプ)、日本シリカ工業株式会社製の商品名「ニップシールNS-K」や「ニップシールNS-KR」、株式会社トクヤマ製の商品名「トクシールNSK」や「トクシールP」等が挙げられる。

#### 【0022】

珪藻土は単細胞の藻類である珪藻が海底・湖底に堆積し体内の原形質が分解し

て珪酸を主体とした遺殻が地層を形成した軽質岩石または土壌で、円形、針状、舟形などの多孔質な殻の集合体よりなり、通常80%以上の珪酸分 ( $\text{SiO}_2$ ) を含み、大部分は非晶質珪酸から成る。吸着担体として用いる珪藻土は、特に限定されないが、例えば、白山工業株式会社製の商品名「ゼムライト3Y」や昭和化学工業株式会社製の商品名「ラヂオライト」等が使用できる。

#### 【0023】

ゼオライトは、アルカリおよびアルカリ土類金属の含水アルミノ珪酸塩で一般式  $(\text{Na}_2, \text{K}_2, \text{Ca}, \text{Ba}) [(\text{Al}, \text{Si}) \text{O}_2]_n \cdot \text{XH}_2\text{O}$  で表されるものをいう。吸着担体として用いるゼオライトは、特に限定されないが、例えば、日東粉化工業株式会社製の商品名「日東ゼオライト#150」やカサネン工業株式会社製の商品名「出雲ゼオライト」等が使用できる。

#### 【0024】

アタパルジャイトとは、含水マグネシウム・アルミニウム珪酸塩鉱物であり、吸着担体として用いるアタパルジャイトは、特に限定されないが、例えば、エンゲルハード社製の商品名「マイクロソープ300LVM」や「マイクロソープ300RVM」等が挙げられる。

#### 【0025】

酸性白土は、特に限定されないが、例えば、水澤化学工業株式会社製の商品名「ミズカエース#200」等が挙げられる。また、モンモリロナイトを主成分とする粘土鉱物である活性白土も特に限定なく使用することができる。

これら鉱物質微粉の中でも、入手が容易なことから、合成非晶質シリカと珪藻土が吸着担体として特に好ましく用いられる。

#### 【0026】

[芳香族ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸塩]

本発明において顆粒水和剤の水和性をさらに向上させる目的で、湿潤剤として、芳香族ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸塩の少なくとも1種を含有させることが好ましい。これらは1種又は複数を組み合わせて用いることができる。

#### 【0027】

本発明の顆粒水和剤に使用できる芳香族スルホン酸塩ホルマリン縮合物は、特

に限定されないが、例えば、花王株式会社製の商品名「デモールSNB」（芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、「デモールMS」（芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、「デモールN」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、「デモールRN」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）及び「デモールT」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、ローディア日華株式会社製の商品名「スープラジルNMS/90」（メチルナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）や「スープラジルRM/210-EI」（アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム塩ホルマリン縮合物）、竹本油脂株式会社製の商品名「ニューカルゲンPS-P」（アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、「ニューカルゲン207」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）及び「ニューカルゲンWG-2」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、東邦化学工業株式会社製の商品名「ルノックス1000C」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、日本乳化剤株式会社製の商品名「デイスロールSH」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）、第一工業製薬株式会社製の商品名「ラベリンFA」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）や「ラベリンFW」（ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物）等が挙げられる。

#### 【0028】

本発明の顆粒水和剤に使用できるリグニンスルホン酸塩としては、例えば、日本製紙株式会社製の商品名「サンエクスP252」（リグニンスルホン酸ナトリウム）、「サンエクスP201」（リグニンスルホン酸カルシウム）、「バニレックスN」（部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム）、「バニレックスRN」（部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム）、「パールレックスNP」（高分子量リグニンスルホン酸ナトリウム）、「パールレックスDP」（変性リグニンスルホン酸ナトリウム）、竹本油脂株式会社製の商品名「ニューカルゲンRX-B」（リグニンスルホン酸ナトリウム）、「ニューカルゲンRX-C」（リグニンスルホン酸ナトリウム）、「ニューカルゲンWG-4」（リグニンスルホン酸ナトリウム）、東邦化学工業株式会社製の商品名「ソルポール904

7 K」(リグニンスルホン酸ナトリウム)、ローディア日華株式会社製の商品名「スープラジル L/393」(リグニンスルホン酸カルシウム)などが挙げられる。

#### 【0029】

本発明の農園芸用顆粒水和剤の構成成分の配合割合は、農薬原体が10～60質量%、より好ましくは20～50質量%、N-アシルアミノ酸が10～30質量%、より好ましくは20～30質量%、及び吸着担体が10～80質量%、より好ましくは20～60質量%である。

#### 【0030】

また、上記組成物に芳香族ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸塩の少なくとも1種を更に配合する場合は、その配合割合は、農薬原体が10～55質量%、より好ましくは20～50質量%、N-アシルアミノ酸が5～20質量%、より好ましくは10～15質量%、吸着担体が5～80質量%、より好ましくは20～60質量%、及び芳香族ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸塩の少なくとも1種が5～20質量%、より好ましくは10～15質量%である。

#### 【0031】

本発明の顆粒水和剤は、更に必要に応じて、上記以外の湿潤剤、増量剤、結合剤を含有しても良い。その場合、上記の構成成分の配合割合は上記の範囲内に維持するのが好ましい。上記以外の湿潤剤としては、例えば、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、アルキル硫酸ナトリウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アルキルコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル等が挙げられる。

#### 【0032】

増量剤としては、例えば、雲母、炭酸カルシウム、カオリンクレー、クレー、ベントナイト、酸性白土、タルク、炭酸マグネシウム、二酸化チタン、ブドウ糖、乳糖、ショ糖、硫酸アンモニウム、硫酸ナトリウム、尿素等が挙げられる。

また、結合剤としては、例えば、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、デキストリン、可溶性デンプン等が挙げられる。

## 【0033】

## [顆粒水和剤の製造方法]

本発明の顆粒水和剤は、例えば、下記の製法で製造できるが、特にこれらに限定されるものではない。

## 【0034】

## [70℃以下の融点を有する農薬原体を用いる顆粒水和剤の製造方法]

70℃以下の融点を有する農薬原体を用いる場合は、該農薬原体を融点以上に加熱して該農薬原体を液状にするか、または揮発性の溶媒に溶解させた溶液を調製し、該溶液と吸着担体とを、例えばリボンミキサー、ナウタミキサー、混合造粒機等の混合機で混合して該溶液を吸着担体に吸着させた粉末状の混合物を作製する。揮発性の溶媒を使用した場合は、混合造粒機等の混合機で混合した後、加熱して溶媒を除去し、粉末状の混合物を作製する。揮発性の溶媒としては、農薬原体を溶解または均一に混合し、更に加熱により除去できるものが望ましく、例えばメタノール、エタノール等の低級アルコールや、アセトン、MEK等の低級ケトンが挙げられる。常温で液体である農薬原体を用いて顆粒水和剤を製造する場合は、該農薬原体と吸着担体とを、例えばリボンミキサー、ナウタミキサー、混合造粒機等の混合機で混合し、農薬原体を吸着担体に吸着させた粉末状の混合物を作製する。

## 【0035】

得られた粉末状の混合物をピンミル、ハンマーミル、ボールミル、ジェットミル等の乾式粉碎機で粉碎し、得られた粉碎物にN-アシルアミノ酸塩および必要に応じて湿潤剤、その他の添加剤を加えて前記混合機で混合する。得られた混合物に加水し、混練、造粒し、次いで乾燥することにより顆粒水和剤を製造する。尚、農薬原体および吸着担体以外の成分の一部または全部を前記粉碎前に農薬原体と吸着担体の混合物として予め混合しておいてもよい。

## 【0036】

## [70℃以下の軟化点を有する農薬原体を用いる顆粒水和剤の製造方法]

70℃以下の軟化点を有する農薬原体を用いて顆粒水和剤を製造する場合は、該農薬原体と吸着担体を混合するか、または該農薬原体を揮発性の溶媒に溶解さ

せた溶液を調製し、該溶液と吸着担体とを、例えばリボンミキサー、ナウタミキサー、混合造粒機等の混合機で混合して該溶液を吸着担体に吸着させた粉末状の混合物を作製する。揮発性の溶媒を使用した場合は、混合造粒機等の混合機で混合した後、加温して溶媒を除去し、粉末状の混合物を作製する。その後、該混合物をピンミル、ハンマーミル、ボールミル、ジェットミル等の乾式粉碎機で粉碎する。得られた粉碎物にN-アシルアミノ酸塩及び必要に応じて湿潤剤、その他の添加剤を加えて前記混合機で混合する。得られた混合物に上述の製造方法と同様に加水し、混練、造粒し、次いで乾燥することにより顆粒水和剤を製造する。

#### 【0037】

##### [顆粒水和剤の施用方法]

本発明の顆粒水和剤の施用方法としては、顆粒水和剤を水に投入し、分散希釈させた後、スプレーヤー等で作物や土壌等に施用する。水への希釈倍率は、顆粒水和剤中の農薬原体の種類、含有量、施用目的によって異なるが、通常は10～10000倍程度、好ましくは50～8000倍程度、より好ましくは500～4000倍程度である。

#### 【0038】

##### [顆粒水和剤の包装形態]

本発明の顆粒水和剤の包装形態として、アルミ袋、紙袋、紙パック、ポリボトルなど、通常の粒剤や水和剤で使用可能な容器を使用することができる。保存時の吸湿を避けるためには、アルミ袋や内装がアルミコーティングされた紙袋、ポリ袋、ポリボトル等が好ましい。また水溶性パックに梱包したものを、これらの吸湿を防止した袋に充填することにより、保存時の吸湿防止、安全性の向上、希釈時の取扱性を向上させることもできる。

#### 【0039】

既に述べたように、本発明は、従来顆粒水和剤の製造が困難であった70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体を用いた場合であっても、水に投入後の崩壊性と分散性が良好な農園芸用顆粒水和剤の製造を可能としたものである。また、分散剤として使用するN-アシルアミノ酸塩の人体への刺激、環境毒性が低いことから、本発明の顆粒水和剤は安全性が高く、薬害が無く、対象有害生物に対

し安定した作用を示す。

#### 【0040】

##### 【実施例】

以下に本発明の実施例及び比較例を示し、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの範囲に限定されるものではない。用いた測定方法と評価方法を以下に記載する。

#### 【0041】

##### (水中崩壊性試験A)

250ml 共栓付シリンダー中に農薬公定検査法に基づく3度硬水を250ml 入れ、恒温水槽中で20℃に保った。該シリンダー内に500mgの顆粒水和剤を投入し、その崩壊性を観察して次の5段階で評価した。

A：顆粒水和剤がシリンダー底部に到達する迄に殆どが崩壊した。崩壊性良好。

B：顆粒水和剤がAとCの中間の状態に崩壊した。崩壊性は概ね良好。

C：顆粒水和剤が水中で糸を引きながら崩壊、あるいはシリンダー底部に到達するまでに約5割程度が崩壊した。崩壊性やや良好。

D：顆粒水和剤がCとEの中間の状態に崩壊した。崩壊性はやや不良。

E：顆粒水和剤が殆どが崩壊せずシリンダー底部にまで到達した。崩壊性不良。

#### 【0042】

##### (水中崩壊性試験B)

250ml 共栓付シリンダー中に農薬公定検査法に基づく3度硬水を250ml 入れ、恒温水槽中で20℃に保った。該シリンダー内に500mgの顆粒水和剤を投入して、その1分間後に1秒に1回の割合でシリンダーの反転を繰り返し、該顆粒水和剤が完全に崩壊するまでの回数を測定し、下記の基準で評価した。

#### 【0043】

転倒回数0～4回：速やかに崩壊し、最適。

転倒回数5～9回：実用に耐えうる崩壊。良好。

転倒回数10～14回：崩壊にやや時間がかかる。やや不適。

転倒回数15～19回：崩壊に時間がかかる。不適。

転倒回数20回以上：崩壊せず、不適。

## 【0044】

## (懸垂性試験)

水中崩壊性試験Bを実施、観察後に、該シリンダーを更に20回転倒し、5分後の沈殿物量を目視で観察し、下記の基準で評価した。

○：沈殿物が少なく懸垂性良好。

△：沈降物がやや多く、懸垂性やや不良。

×：沈殿物が多く、懸垂性不良。

## 【0045】

## (分散性試験)

懸垂性試験を観察した後、該シリンダーを更に2～3回転倒し、分散液を光学顕微鏡（倍率400倍）を用いて凝集物の形成の有無を確認し、下記の基準で評価した。

○：凝集物がなく、分散性良好。

△：少量の凝集物が存在し、分散性やや不良。

×：多くの凝集物が存在し、分散性不良。

## 【0046】

## (水分散粒径の測定)

懸垂性試験を観察した後、シリンダーを更に2～3回転倒し、粒度分布測定装置（コールター社製、LS230）を用いて分散液の平均粒径（ $\mu\text{m}$ ）を測定した。結果を表1に示す。平均粒径が小さいものほど、分散性が高く（凝集物が少なく）良好である。

## 【0047】

## (油膜形成の観察)

懸垂性試験を観察した後、分散液の水面の状態を目視で観察し、油膜形成の有無を確認し、下記の基準で評価した。

○：油膜形成がなく、均一な分散であり、良好。

△：少量の油膜形成が観察されるが、均一な分散であり、良好。

×：油膜形成が観察され、かつ不均一な分散であり、不良。

## 【0048】



### (造粒性の観察)

顆粒状物の造粒を行った際に、造粒粒子の成形性を目視で確認した。

○：造粒性は良好であり、所望の造粒物が得られる。

×：造粒性が悪く、造粒できない、または造粒後の成形が崩れる。

### 【0049】

#### (実施例1)

イミノクタジンアルベシル酸塩（軟化点60℃）50部をメタノール50部に溶解した後、合成非晶質シリカ（商品名：カープレックスXR、塩野義製薬株式会社製）50部と混合し、50℃で加温してメタノールを留去した。得られた粉末状混合物をジェットミル（日本ニューマチック工業株式会社製スーパーソニックジェットミルPJM）を用いて粉碎し、50質量%のイミノクタジンアルベシル酸塩原末100部を得た。

### 【0050】

作製した50質量%イミノクタジンアルベシル酸塩原末60部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（商品名：アミソフトHS-21）20部、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（商品名：アミソフトCS-11）10部および珪藻土（商品名：ゼムライト3Y、白山工業株式会社製）10部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約10μm）をラボラトリーマトリックスLMA5-Vに投入し、水15部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を45℃で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、125～425μmの粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

### 【0051】

#### (実施例2)

0.1～20mm程度の大きさに砕いたジチオピル（融点65℃）50部と珪藻土（ゼムライト3Y）50部を混合し、スーパーソニックジェットミルPJMを使用して粉碎した。得られた粉碎物を2週間室温で静置して安定化させた後、更にエックサンプルミルで粉碎して、50質量%のジチオピル原末を得た。

### 【0052】

作製した50質量%ジチオピル原末60部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）15部、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）5部および珪藻土（ゼムライト3Y）20部を混合し、コーヒーマイルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $7\mu\text{m}$ ）を混練機（株式会社入江商会製の商品名卓上型ニーダーPNV-5型）に投入し、水25部を滴下しながら混練し、押出造粒機（筒井理化学器械株式会社製の商品名：KAR-180型）0.5mmスクリーンで押し出し造粒し、得られた顆粒を45℃で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、180～1000 $\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つジチオピル30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0053】

##### （実施例3）

ベンフレセート（融点32～35℃）40部と珪藻土（商品名：ゼムライト3Y）30部および合成非晶質シリカ（商品名：カープレックス#1120、塩野義製薬株式会社製）30部を混合し、エックサンプルミルを使用して粉碎し40質量%のベンフレセート原末を得た。

#### 【0054】

作製した40質量%ベンフレセート原末75部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）12部およびN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）8部を混合し、コーヒーマイルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）を混練機（卓上型ニーダーPNV-5型）に投入し、水25部を滴下しながら混練し、押出造粒機（KAR-180型）0.5mmスクリーンで押し出し造粒し、得られた顆粒を50℃で3時間乾燥し篩い分け操作を行い、180～1000 $\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つベンフレセート30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0055】

##### （実施例4）

実施例1に記載した方法で作製した50質量%イミノクタジンアルベシル酸塩原末40部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトH

S-21) 15部、珪藻土（ゼムライト3Y）5部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（商品名：バニレックスN、日本製紙株式会社製）20部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックスLMA5-Vに投入し、水15部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を $45^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $125\sim 425\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0056】

（実施例5）

合成非晶質シリカ（カープレックスXR）に代えて合成非晶質シリカ焼成品（商品名：カープレックスCS-7、塩野義製薬株式会社製）を用いた以外は実施例1と同様にして、50質量%のイミノクタジンアルベシル酸塩原末100部を得た。

#### 【0057】

作製した50質量%イミノクタジンアルベシル酸塩原末60部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）15部、珪藻土（ゼムライト3Y）5部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）20部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックスLMA5-Vに投入し、水15部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を $45^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $125\sim 425\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0058】

（実施例6）

実施例1に記載した方法で作製した50質量%イミノクタジンアルベシル酸塩原末40部、フェンヘキサミド（融点 $153^{\circ}\text{C}$ ）30部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）10部、N-ヤシ油脂脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）7部および珪

藻土（ゼムライト 3 Y）13 部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約  $10\ \mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックス LMA 5-V に投入し、水 12 部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を  $45^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $150\sim 425\ \mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩 20% とフェンヘキサミド 30% を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0059】

##### （実施例 7）

実施例 1 に記載した方法で作製した 50 質量% イミノクタジンアルベシル酸塩 原末 40 部、フェンヘキサミド（融点  $153^\circ\text{C}$ ）30 部、N-ステアロイル- $\gamma$ -グルタミン酸 2 ナトリウム（アミソフト HS-21）15 部、珪藻土（ゼムライト 3 Y）2 部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックス N）13 部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約  $10\ \mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックス LMA 5-V に投入し、水 12 部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を  $45^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $150\sim 425\ \mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩 20% とフェンヘキサミド 30% を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0060】

##### （実施例 8）

実施例 1 に記載した方法で作製した 50 質量% イミノクタジンアルベシル酸塩 原末 40 部、ピリブチカルブ（融点  $85.7\sim 86.2^\circ\text{C}$ ）30 部、N-ステアロイル- $\gamma$ -グルタミン酸 2 ナトリウム（アミソフト HS-21）15 部および芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（商品名：デモール SNB、花王株式会社製）15 部を混合し、コーヒーマルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約  $10\ \mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックス LMA 5-V に投入し、水 15 部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を  $45^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $180\sim 600\ \mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩 20% とピリブチカルブ 30% を有効成分として含

む顆粒水和剤を得た。

#### 【0061】

##### (実施例9)

実施例1に記載した方法で作製したイミノクタジンアルベシル酸塩原末40部、イブコナゾール（融点91～119℃）30部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）15部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）15部を混合し、エックサンプルミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約10 $\mu$ m）をラボラトリマトリックスLMA5-Vに投入し、水12部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を45℃で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、180～600 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジンアルベシル酸塩20%とイブコナゾール30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0062】

##### (実施例10)

実施例2に記載した方法で作製した50質量%ジチオピル原末80部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）15部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）5部を混合し、コーヒーミルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約7 $\mu$ m）を混練機（卓上型ニーダーPNV-5型）に投入し、水25部を滴下しながら混練し、押出造粒機（KAR-180型）0.5mmスクリーンで押し出し造粒し、得られた顆粒を45℃で3時間乾燥し篩い分け操作を行い、180～1000 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つジチオピル40%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0063】

##### (実施例11)

ベンフレセート（融点32～35℃）40部と珪藻土（ゼムライト3Y）60部を混合し、エックサンプルミルを使用して粉碎し40質量%のベンフレセート原末を得た。作製した40質量%ベンフレセート原末75部、N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）8部、N-ヤシ油脂脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）7部、部分

脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）5部および珪藻土（ゼムライト3Y）5部を混合し、コーヒーマイルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックスLMA5-Vに投入し、水15部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を $45^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $180\sim 600\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つベンフレセート30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0064】

##### （実施例12）

実施例11で作製した40質量%ベンフレセート原末75部、ラウロイルサルコシナトリウム（商品名：ソイボンSLP、川研ファインケミカル株式会社製）15部、部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）5部および珪藻土（ゼムライト3Y）5部を混合し、コーヒーマイルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）をラボラトリーマトリックスLMA5-Vに投入し、水15部を滴下しながら混合して不定形の顆粒に造粒した。得られた顆粒を $45^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し篩い分け操作を行い、 $180\sim 600\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つベンフレセート30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0065】

##### （実施例13）

実施例3に記載した方法で作製した40質量%ベンフレセート原末75部、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（商品名：アミソフトCS-11）15部および部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）10部を混合し、コーヒーマイルで粉碎した。得られた混合物（平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）を混練機（卓上型ニーダーPNV-5型）に投入し、水25部を滴下しながら混練し、押出造粒機（KAR-180型）0.5mmスクリーンで押し出し造粒し、得られた顆粒を $50^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し、篩い分け操作を行い、 $180\sim 1000\mu\text{m}$ の粒度分布範囲を持つベンフレセート30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

#### 【0066】

##### （比較例1）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム (アミソフトHS-21) とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム (アミソフトCS-11) に代えて部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム (バニレックスN) を用いた以外は実施例1と同様に操作して、125~425  $\mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0067】**

(比較例2)

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム (アミソフトHS-21) とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム (アミソフトCS-11) に代えて部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム (バニレックスN) を用いた以外は実施例2と同様に操作して、180~1000  $\mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つジチオピル30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0068】**

(比較例3)

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム (アミソフトHS-21) とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム (アミソフトCS-11) に代えて部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム (バニレックスN) を用いた以外は実施例3と同様に操作して、180~1000  $\mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つペンフレセート30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0069】**

(比較例4)

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム (アミソフトHS-21) に代えて、部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム (バニレックスN) を用いた以外は実施例4と同様に操作して、125~425  $\mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0070】**

(比較例5)

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）に代えて、ポリカルボン酸ナトリウム（商品名：ニューカルゲンWG-5、竹本油脂株式会社）を用いた以外は実施例4と同様に操作、125～425 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0071】**

（比較例6）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）に代えて部分脱スルホンリグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）を用いた以外は実施例5と同様に操作125～425 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0072】**

（比較例7）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（商品名：デモールSNB、花王株式会社製）を用いた以外は実施例6と同様に操作、150～425 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩20%とフェンヘキサミド30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0073】**

（比較例8）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（商品名：デモールSNB、花王株式会社製）を用いた以外は実施例8と同様に操作を行い、180～600 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩20%とピリプチカルブ30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0074】**

（比較例9）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）



に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（デモールSNB）を用いた以外は実施例9と同様に操作を行い、180～600 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つイミノクタジナルベシル酸塩20%とイブコナゾール30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0075】**

（比較例10）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（デモールSNB）を用いた以外は実施例10と同様に操作を行い、180～1000 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つジチオピル40%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0076】**

（比較例11）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）に代えて、ポリカルボン酸ナトリウム（商品名：ニューカルゲンWG-5、竹本油脂株式会社）を用いた以外は実施例10と同様に操作を行い、180～1000 $\mu$ mの粒度分布範囲を持つジチオピル40%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

**【0077】**

（比較例12）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）に代えて、変性リグニンスルホン酸ナトリウム（バニレックスN）を用いた以外は実施例11と同様な操作を行ったが、造粒物の形状が崩れやすいベンフレセート30%を有効成分として含む粉末状水和剤となった。

**【0078】**

（比較例13）

N-ステアロイル-L-グルタミン酸2ナトリウム（アミソフトHS-21）とN-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（アミソフトCS-11）に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物（デモールSNB

)を用いた以外は実施例 11 と同様な操作を行ったが、造粒物の形状が崩れやすいベンフレセート 30%を有効成分として含む粉末状水和剤となった。

【0079】

(比較例 14)

N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム (アミソフトCS-11) に代えて、芳香族スルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物 (デモールSNB) を用いた以外は実施例 13 と同様な操作を行い、180~1000  $\mu\text{m}$  の粒度分布範囲を持つベンフレセート 30%を有効成分として含む顆粒水和剤を得た。

【0080】

(比較例 15)

実施例 1 に記載した方法で作製した 50 質量%イミノクタジンアルベシル酸塩原末 80 部、ポリオキシエチレンジアルキルフェニルエーテルサルファートアンモニウム塩 8 部、ラウリル硫酸ナトリウム 8 部およびクレー 9 部を混合し、コーヒーマイルで粉碎してイミノクタジンアルベシル酸塩 40%を有効成分として含む水和剤を得た。

【0081】

【表 1】

	水中崩壊 性試験 A	水中崩壊 性試験 B	懸垂性 試験	分散性 試験	平均 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	油膜 形成	造粒 性
実施例 1	B	9 回	○	○	20.0	○	○
実施例 2	A	8 回	○	○	8.0	○	○
実施例 3	B	5 回	○	○	16.8	○	○
実施例 4	B	8 回	○	○	17.5	○	○
実施例 5	B	9 回	○	○	18.5	○	○
実施例 6	B	6 回	○	○	21.0	○	○
実施例 7	B	7 回	○	○	17.0	○	○
実施例 8	B	3 回	○	○	14.9	○	○
実施例 9	B	6 回	○	○	18.6	○	○
実施例 10	A	7 回	○	○	7.6	○	○
実施例 11	B	2 回	○	○	15.3	○	○
実施例 12	B	3 回	○	○	11.6	○	○
実施例 13	B	3 回	○	○	14.7	○	○

## 【0082】

表 1 に示すように実施例 1 ～ 13 で得た顆粒水和剤は、水中崩壊性、懸垂性および分散性の全ての項目が良好以上であった。

## 【0083】

【表 2】

	水中崩壊 性試験 A	水中崩壊 性試験 B	懸垂性 試験	分散性 試験	平均 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	油膜 形成	造粒 性
比較例 1	E	>20回	×	×	58.0	○	○
比較例 2	E	>20回	×	×	65.0	○	○
比較例 3	B	4 回	△	△	29.0	○	○
比較例 4	E	>20回	×	×	58.0	○	○
比較例 5	C	6 回	△	△	27.5	○	○
比較例 6	E	>20回	×	×	63.5	○	○
比較例 7	D	>20回	×	×	38.6	○	○
比較例 8	C	5 回	△	△	25.2	○	○
比較例 9	E	>20回	×	×	36.5	○	○
比較例 10	E	>20回	×	×	68.0	○	○
比較例 11	E	>20回	×	×	59.5	○	○
比較例 12	B	10回	○	○	20.9	△	×
比較例 13	B	3 回	○	○	19.3	△	×
比較例 14	B	4 回	△	△	37.0	○	○

## 【0084】

表 2 に示すように比較例 1, 2, 4, 6, 7 および 9 ~ 11 で得た顆粒水和剤は水中崩壊性、懸垂性および分散性の全ての項目が不良であった。比較例 3, 5, 8 および 14 で得た顆粒水和剤は、懸垂性と分散性がやや不良であった。比較例 12 と 13 は、水中崩壊性、懸垂性および分散性は良好であったが、造粒性が不良であった。また、比較例 1 ~ 14 で得た顆粒水和剤は、実施例で得た顆粒水和剤に比べて水分散時の平均粒径が大きく、これは、凝集物が多く、界面活性剤の分散力不足のために生じたものと推測された。

## 【0085】

[生物効果試験]

温室において1×1.5mの区画に慣行栽培中のキュウリ（品種：トップグリーン）を1薬剤当たり6株供試した。有効成分量が表に示した値となるように各実施例4と比較例15で得た薬剤を水で希釈し、試験開始時10葉期のキュウリに、各薬剤の水溶液を1週間間隔で計2回、背負い式全自動噴霧器を用いて十分量（300L/10a相当）を散布した。最終散布18日後に各区全株の第6本葉より上位10本葉についてその発病程度を調査し、発病葉率および発病度から下記の数式2によって防除価を算出した。葉害は適宜肉眼調査した。

**【0086】**

（発病の程度別指数）

0：発病なし。

5：僅かな発病が認められた。

1：発病面積率が5%未満であった。

2：発病面積率が5%以上25%未満であった。

3：発病面積率が25%以上50%未満であった。

4：発病面積率が50%以上であった。

**【0087】**

（数式1）

発病度 =  $\Sigma$ （程度別発病葉数×指数）×100÷（調査葉数×4）

**【0088】**

（数式2）

防除価 = （無処理の発病度－処理区の発病度）×100÷無処理の発病度

**【0089】**

【表 3】

	希釈倍数	発病葉率	発病度	防除価	薬害
実施例 4	2000倍 (150m g /L)	2. 4	0. 3	99. 5	無し
	4000倍 (75m g /L)	10. 4	1. 5	97. 3	無し
比較例15	2000倍 (150m g /L)	0. 6	0. 1	99. 8	無し
	4000倍 (75m g /L)	12. 1	2. 0	96. 3	無し
無処理	—	100	53. 6	—	無し

## 【0090】

表3に示すように、実施例4で得た顆粒水和剤は、比較例15で得た水和剤と同等の防除効果を有するものであり、薬害も生じないことが明らかである。

## 【0091】

## 【発明の効果】

本発明の農園芸用顆粒水和剤は、従来は顆粒水和剤の製造が困難であった70℃以下の融点又は軟化点を有する農薬原体を使用するにも拘わらず、分散剤としてN-アシルアミノ酸塩を使用することにより、水中での崩壊性及び分散性に優れる。

また、本発明の農園芸用顆粒水和剤は、有効成分である農薬原体が安定して作用すると共に、薬害を生ぜず、かつ分散剤として使用するN-アシルアミノ酸塩が人体や動物への刺激性が低く、また自然環境で分解されるために、人や環境への毒性を低減することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明が解決しようとする課題は、従来は顆粒水和剤の製造が困難であった70℃以下の融点または軟化点を有する農薬原体を使用した場合でも、水に投入後、優れた崩壊性と分散性を示し、かつ薬害がない農園芸用顆粒水和剤を提供することにある。

【解決手段】 70℃以下の融点または軟化点を有する農薬原体、N-アシルアミノ酸塩および吸着担体を含有する混合物を造粒することにより農園芸用顆粒水和剤を製造する。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-014640
受付番号	50300103970
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 1月24日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 1月23日
-------	-------------

次頁無



特願 2 0 0 3 - 0 1 4 6 4 0

ページ： 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 8 8 6 ]

1. 変更年月日  
[変更理由]

1 9 9 0 年 8 月 1 7 日

新規登録

住 所  
氏 名

東京都板橋区坂下3丁目35番58号  
大日本インキ化学工業株式会社